

(19) 【発行国】 日本国特許庁 ( J P )

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) 【公報種別】 公開特許公報 ( A )

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) 【公開番号】 特開平 9 - 1 6 8 9 6 6

(11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan Unexamined Patent Publication Hei 9 - 168966

(43) 【公開日】 平成 9 年 ( 1 9 9 7 ) 6 月 3 0 日

(43) [Publication Date of Unexamined Application] 1997 (1997) June 30 days

(54) 【発明の名称】 ハードディスク基板の研磨用組成物

(54) [Title of Invention] POLISHING COMPOSITION OF HARD DISC SUBSTRATE

(51) 【国際特許分類第 6 版】

(51) [International Patent Classification 6th Edition]

B24B 37/00

B24B 37/00

C09K 3/14 550

C09K 3/14 550

G11B 5/84

G11B 5/84

【 F 1 】 |

[F1]

B24B 37/00 H

B24B 37/00 H

C09K 3/14 550 C

C09K 3/14 550 C

550 J

550 J

550 Z

550 Z

G11B 5/84 A 7303-5D

G11B 5/84 A 730 3- 5D

【審査請求】 未請求

[Request for Examination] Examination not requested

【請求項の数】 7

[Number of Claims] 7

【出願形態】 O L

[Form of Application] OL

【全頁数】 6

[Number of Pages in Document] 6

(21) 【出願番号】 特願平 7 - 3 3 0 1 9 7

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 7 - 33 0197

(22) 【出願日】 平成 7 年 ( 1 9 9 5 ) 1 2 月 1 9 日 |

(22) [Application Date] 1995 (1995) December 19 day

(71) 【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】 0 0 0 0 0 5 9 6 8

[Applicant Code] 000005968

【氏名又は名称】三菱化学株式会社

【住所又は居所】東京都千代田区丸の内二丁目５番２号

(72) 【発明者】

【氏名】川島 雅博

【住所又は居所】神奈川県横浜市青葉区鴨志田町１０００番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 【発明者】

【氏名】橋本 喜一

【住所又は居所】神奈川県横浜市青葉区鴨志田町１０００番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 【発明者】

【氏名】千野 美由紀

【住所又は居所】神奈川県横浜市青葉区鴨志田町１０００番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(74) 【代理人】

【弁理士】

(57) 【要約】

【課題】 調製時の発泡が少なく、保存安定性が良く、かつ優れた研磨面を与えるハードディスク基板の研磨用組成物を提供する。

【解決手段】 水溶性樹脂及びアセチレンアルコール又はその誘導体を含む水性媒体中に砥粒を分散させてなる研磨用組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項１】 水溶性樹脂及びアセチレンアルコール又はその誘導体を含む水性媒体中に砥粒を分散させてなる、ハードディスク基板の研磨用組成物。

【請求項２】 水溶性樹脂、アセチレンアルコール又はその誘導体、及びポリオキシアルキレン鎖部（Ａ）とカルボキシル基が結合している炭化水素鎖部（Ｂ）とを有してその重量比がＢ：Ａ＝１：０．０１～０．２である高分子分散剤

[Name] MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION (DB 69-056-6740)

[Address] Tokyo Chiyoda-ku Marunouchi 2-5-2

(72) [Inventor]

[Name] Kawashima Masahiro

[Address] Inside of Kanagawa Prefecture Yokohama City Aoba-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Chemical Corporation (DB 69-056-6740) Yokohama Central Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name] Hashimoto Yoshikazu

[Address] Inside of Kanagawa Prefecture Yokohama City Aoba-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Chemical Corporation (DB 69-056-6740) Yokohama Central Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name] Chino Miyuki

[Address] Inside of Kanagawa Prefecture Yokohama City Aoba-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Chemical Corporation (DB 69-056-6740) Yokohama Central Research Laboratory

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

(57) [Abstract]

[Problem] Foaming when manufacturing is little, polishing composition of hard disc substrate which gives polished surface to which storage stability is good, at same time is superior is offered.

[Means of Solution] Dispersing grit in aqueous medium which includes water soluble resin and the acetylene alcohol or its derivative, polishing composition which becomes.

[Claim(s)]

[Claim 1] Dispersing grit in aqueous medium which includes water soluble resin and the acetylene alcohol or its derivative, it becomes, polishing composition of hard disk substrate.

[Claim 2] Water soluble resin, acetylene alcohol or its derivative, and polyoxyalkylene chain section (A) with the hydrocarbon chain section which carboxyl group has connected (B) with having possessed, dispersing grit in aqueous

を含む水性媒体中に砥粒を分散させてなる、ハードディスク基板の研磨用組成物。

【請求項3】 アセチレンアルコールがアセチレングリコールであることを特徴とする、請求項1又は2に記載の研磨用組成物。

【請求項4】 高分子分散剤のポリオキシアルキレン鎖部が、エチレンオキシドとプロピレンオキシドとの80:20~20:80(重量比)の共重合体であることを特徴とする請求項2又は3に記載の研磨用組成物。

【請求項5】 砥粒の平均粒子径が0.1~10 $\mu$ mであり、且つ砥粒が組成物の1~20重量%を占めることを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載の研磨用組成物。

【請求項6】 請求項1ないし5のいずれかに記載の研磨用組成物を研磨布に担持させて、ハードディスク基板のNi-Pメッキ面を研磨することを特徴とするハードディスク基板の研磨方法。

【請求項7】 請求項1ないし5のいずれかに記載の研磨用組成物を研磨布に担持させて、ハードディスク基板のNi-Pメッキ面にテキスチャリングを施すことを特徴とするハードディスク基板の研磨方法。

#### 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はコンピュータシステムの外部記憶装置に使用されているハードディスクの基板の表面を、迅速かつ高品質の鏡面に研磨するハードディスク基板の研磨用組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、磁気ディスク装置に使用されているハードディスクは、大容量化及び高密度化が進み、磁性媒体は従来の塗布型媒体からスパッタリングやメッキ法による薄膜媒体へと移行している。ハードディスクは一般にアルミ合金等の素材を鏡面研磨加工し、その上にNi-Pのメッキ層を設け、このメッキ面を研磨したのち、さらにその上に磁性層、保護層等を順次設けて製造される。ハードディスクへの情報の記録/再生は磁気ヘッドを介して行うが、その際ハードディスクは高速で回転し、ヘッドを浮上させてハードディスクとの間に微小な間隙を生ずる。そして近年、ハードディスクの高密度化に伴ない、ハードディスクと磁気ヘッドとの間隔、即ちヘッド浮上量はますます小さくなってきており、最

medium which includes polymer dispersant where the weight ratio is B:A=1:0.01 to 0.2 it becomes, polishing composition of hard disk substrate.

[Claim 3] Polishing composition which designates that acetylene alcohol is acetylene glycol as feature, states in Claim 1 or 2.

[Claim 4] Polyoxyalkylene chain section of polymer dispersant, polishing composition which is stated in Claims 2 or 3 which designates that it is a copolymer of 80:20 to 20:80(weight ratio) of ethylene oxide and the propylene oxide as feature.

[Claim 5] Average particle diameter of grit is 0.1 to 10  $\mu$ m, polishing composition which is stated in the any of Claims 1 through 4 which designates that and grit occupy 1 to 20 weight% of composition as feature.

[Claim 6] Bearing polishing composition which is stated in any of Claims 1 through 5 in the polishing cloth, polishing method of hard disk substrate which designates that it grinds the Ni-P plating surface of hard disk substrate as feature.

[Claim 7] Bearing polishing composition which is stated in any of Claims 1 through 5 in the polishing cloth, polishing method of hard disk substrate which designates that it administers the texture ring to Ni-P plating aspect of hard disk substrate as feature.

#### [Description of the Invention]

[0001]

[Technological Field of Invention] This invention surface of substrate of hard disc which is used for the external memory device of computer system, regards polishing composition of hard disc substrate which is ground in the mirror surface of quick and high quality.

[0002]

[Prior Art] Recently, as for hard disk which is used for magnetic disk equipment, large capacity trend and the high densification advance, magnetic medium has moved to with thin film medium from the conventional coated type medium due to sputtering or plating method. aluminum alloy or other material mirror surface polishing it processes hard disk generally, provides the plated layer of Ni-P on that, after grinding this plating surface, furthermore sequential providing magnetic layer and protective layer etc on that, it is produced. Through magnetic head, it does, recording/regeneration of information to hard disk, but at that occasion hard disk turns with high speed, floating does the head and causes fine gap with hard disk. And

近では0.1  $\mu\text{m}$ 以下になっている。このように、ヘッド浮上量が著しく小さいと、ハードディスク面上の突起によりヘッドクラッシュを招き、ハードディスク表面の磁性媒体や磁気ヘッドを損傷させることがある。又、ヘッドクラッシュに至らないような微小な突起でも、突起部の磁気特性の乱れによって、情報の読み書きの際の種々のエラーの原因になりやすい。従って、磁性媒体を形成する前のハードディスク基板の研磨工程で、突起の発生を防ぐことが重要であり、従来から鏡面加工時における研磨方法や研磨用組成物についての検討がなされてきた。従来から使用されている研磨用組成物は、主に水に酸化アルミニウム等の研磨剤を水に懸濁したものを基本とし、これにさらに種々の助剤を添加したものである。例えば、特開平6-33042号公報には、「磁気ディスク用基板のテクスチャリング用研磨組成物。」が開示されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前述したように、近年のハードディスクの高密度化に伴い、従来以上に微小な突起が少ない高品質なハードディスク基板の要求が強くなってきており、従来の研磨用組成物では、これに応えるに足る表面を得ることが困難となりつつある。そこで、研磨用組成物中での研磨剤の分散性及び分散安定性を更に向上させた研磨用組成物が必要になってきている。研磨用組成物中で研磨剤を良好に分散させ、かつ安定化するためには、研磨剤に分散剤や水溶性樹脂を多量に吸着させ、研磨剤粒子間に働く引力を減衰させることが必要である。また、より安定な研磨用組成物を得るためには、研磨剤に分散剤や水溶性樹脂を吸着させた後、ホモミキサー、高速アトライター、サンドグラインドミル等を用いて十分な分散を行う必要がある。しかしながら、このような強力な分散機を用いて分散処理を行うと、研磨用組成物中に含まれている分散剤、水溶性樹脂のため発泡を生じ、研磨液の粘度が上昇して研磨剤に分散力が十分に働かなくなるという問題を生じる。発泡は一般に消泡剤の添加により抑制することができる。

【0004】一般的に消泡剤としては、HLBが1～5程度の流動パラフィン等の鉱油系消泡剤、動植物油、ひまし油などの油脂系消泡剤、オレイン酸、ステアリン酸等の脂肪酸系

recently, attendant upon high densification of hard disk, spacing, namely the head amount of floating of hard disk and magnetic head has become more and more small, has become recently 0.1  $\mu\text{m}$  or less. This way, when head amount of floating is small considerably, it causes head crash with protuberance on hard disk surface, there are times when damage it does the magnetic medium and magnetic head of hard disk surface. Even with kind of fine protuberance which does not reach to also, head crash, with the disorder of magnetic property of protuberance, case of read-write of the information it is easy to become cause of various error. Therefore, before forming magnetic medium, with polishing step of hard disk substrate, it was important, to prevent occurrence of protuberance, from until recently, you did examination concerning polishing method and polishing composition at time of mirror surfacing. It is something where polishing composition which from until recently is used mainly in water aluminum oxide or other abrasive designates those which the suspension are done as basis in water, furthermore adds various auxiliary agent to this. "polishing composition for texture ring of substrate for magnetic disk." is disclosed in for example Japan Unexamined Patent Publication Hei 6-33042 disclosure.

## [0003]

[Problems to be Solved by the Invention] But, as mentioned earlier, demand for high quality hard disk substrate where fine protuberance is more than ever little attendant upon high densification of hard disk of recent years, has become strong, with conventional polishing composition, answers to this is becoming difficult to obtain surface which is enough. Then, dispersibility and dispersion stability of abrasive in polishing composition furthermore the polishing composition which improves has become necessary. Dispersing abrasive satisfactorily in polishing composition, at same time in order to be stabilized, dispersant and water soluble resin adsorbing into the large amount in abrasive, attenuation attraction which works between abrasive particle it is necessary to do. In addition, in order from stability to obtain polishing composition, it is necessary to disperse sufficient dispersant and water soluble resin after adsorbing, making use of homogenizer, high speed attritor and sand grind mill etc in abrasive. But, when dispersing is done making use of this kind of strong dispersing machine, because of dispersant and water soluble resin which are included in polishing composition foaming is caused, viscosity of polishing liquid rises and problem that is caused in the abrasive dispersion force stops working in fully. Generally you can control foaming with addition of the foam inhibitor.

[0004] Generally HLB liquid paraffin or other mineral oil type foam inhibitor of 1 to 5 extent, animal or vegetable oil and castor oil or other lipid foam inhibitor, oleic acid, stearic acid

消泡剤、ジエチレングリコールラウレート、ソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンモノラウレート、天然ワックス等の脂肪酸エステル系消泡剤、オクチルアルコール、グリコール類、ポリオキシアルキレングリコール等のアルコール系消泡剤、アクリレートポリアミン、ポリオキシアルキレンアミド等のアミド系消泡剤、リン酸トリブチル、オクチルリン酸ナトリウムなどのリン酸エステル系消泡剤、ステアリン酸アルミニウム、オレイン酸カルシウムなどの金属セッケン系消泡剤、ジメチルシリコン油、シリコンエマルジョン、有機変性ポリシロキサン、フルオロシリコン油などのシリコン系消泡剤などが用いられている。このうち研磨用組成物には、脂肪酸エステル系消泡剤、アルコール系消泡剤、シリコン系消泡剤が主に用いられている。しかし、脂肪酸エステル系消泡剤は、効果が弱く、使用量が多くなり経済的ではない。シリコン系消泡剤は少量で効果が期待でき経済的であるが、研磨後の洗浄で十分に除去されず基板上に残存することがある。また、アルコール系消泡剤は、良好な消泡力を示さない。

【0005】本発明は消泡効果が大きく、かつ研磨用組成物の諸特性に悪影響を及ぼさない消泡剤の添加により、研磨用組成物の調製に際して、研磨剤の分散性及び分散安定性を向上させ、もって研磨能率が高く、高精度、高品質な研磨面が得られるハードディスク基板の研磨用組成物を提供することを目的とするものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明に係る研磨用組成物は、基本的に、水溶性樹脂及びアセチレンアルコール又はその誘導体を含む水性媒体中に砥粒を分散させたものである。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明について詳細に説明すると、本発明は、アセチレンアルコール及びその誘導体が、少量で良好な消泡効果を奏し、かつ砥粒の分散性に悪影響を及ぼさず、洗浄により容易に基板から除去できるとの知見に基づくものである。アセチレンアルコールとは、アセチレン結合に隣接する炭素に水酸基が結合した構造を有する化合物である。このものは一般に炭素骨格に多くのメチル側鎖をもっている。代表的なものとしては、プロパルギルアルコール、3-メチル-1-ブチン-3-オール、3-メチル-1-ペンチン-3-オール、2, 5-ジメチル-3-ヘキシン-2, 5-ジオール、3, 6-ジメチル-4-オクチン-3, 6-ジオール、2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール、3, 5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール

or other aliphatic acid type foam inhibitor, diethylene glycol laurate, sorbitan monolaurate, polyoxyethylene monolaurate and the natural wax or other fatty acid ester foam inhibitor, octyl alcohol, glycols, polyoxyalkylene glycol or other alcohol foam inhibitor, acrylate polyamine, polyoxyalkylene amide or other amide type foam inhibitor, the tributyl phosphate, octyl sodium phosphate or other phosphate ester-based foam inhibitor, aluminum stearate and calcium oleate or other metal soap foam inhibitor, dimethyl silicone oil, the silicone emulsion, organic modified polysiloxane and fluorosilicone oil or other silicone defoaming agent etc is used as foam inhibitor. fatty acid ester foam inhibitor, alcohol foam inhibitor and silicone defoaming agent are used to polishing composition among these, mainly. But, as for fatty acid ester foam inhibitor, effect becomes weak, amount used many and it is not a economical. silicone defoaming agent can expect effect with trace and it is a economical, but there are times which are not removed by fully with washing after grinding and remain on substrate. In addition, alcohol foam inhibitor does not show satisfactory defoaming strength.

[0005] This invention defoaming effect is large, dispersibility and dispersion stability of abrasive improving with addition of foam inhibitor which at same time does not cause adverse effect to characteristics of polishing composition, at time of manufacturing polishing composition, having, polishing efficiency is high, it is something which designates that polishing composition of hard disc substrate where high precision and the high quality polished surface are acquired is offered as objective.

[0006]

[Means to Solve the Problems] Polishing composition which relates to this invention in basic, is something which disperses grit in aqueous medium which includes water soluble resin and the acetylene alcohol or its derivative.

[0007]

[Embodiment of Invention] When you explain in detail concerning this invention, as for this invention, the acetylene alcohol and its derivative, has satisfactory defoaming effect with trace, at same time when it does not cause adverse effect to dispersivity of grit, it can remove from substrate easily with washing, it is something which is based on knowledge. acetylene alcohol is compound which possesses structure which hydroxy group connects to carbon which is adjacent to acetylene bond. this has many methyl side chain generally in carbon skeleton. Making representative ones, propargyl alcohol and 3-methyl-1-butyne-3-ol, 3-methyl-1-pentyne-3-ol, 2,5-di-methyl-3-hexyne-2,5-diol, 3,6-di-methyl-4-octyne-3,6-diol, you can list 2,4,7,9-tetramethyl-5-decyne-4,7-

等が挙げられる。また、これらのアセチレンアルコールの誘導体、例えば上記アセチレンアルコールにエチレンオキサイドその他のアルキレンオキサイドを付加したものも用いられる。これらのアセチレンアルコール及びその誘導体は、その構造的な特徴により、三重結合周辺の電子密度が非常に高くなっており、他に例をみない高極性グループを形成している。このため、アセチレンアルコール及びその誘導体は、極性溶媒への強い配向性を有し消泡力を示す。特にアセチレングリコール及びその誘導体は、このグループが、分子の中央部にあることとあいまって、消泡力を残しながら、非常に強い濡れ効果を持つことが知られている。本発明で用いるのに特に好ましいグリコールは2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオールである。また、1価アルコールでは3, 5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オールが好ましい。アセチレンアルコール及びその誘導体は、研磨用組成物中に通常は0.01~0.3重量%含有させる。特に0.1~0.2重量%含有させるのが好ましい。

【0008】また、アセチレンアルコール及びその誘導体は、非イオン性のため、分散剤などとの相溶性が良く、組み合わせることにより相乗効果を期待出来る。たとえば、組み合わせる分散剤としてはポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、トール油エトキシレート、イソプロピルナフタレンスルホン酸ソーダ、ジオクチルソジウムスルフォネート、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンコポリマー類、ポリオキシエチレンニルフェニルエーテル、直鎖アルキル硫酸ソーダ、ポリオキシエチレンフェニルエーテル、ポリオキシプロピレン/ポリオキシエチレン/エチレンジアミン付加物等が挙げられる。|

【0009】分散剤として特に好ましいのは、平均分子量が $5 \times 10^3$ 以上で、且つポリオキシアルキレン鎖部分(A)と、炭化水素鎖部分(B)とを有しており、この炭化水素鎖部分にはカルボキシル基が結合した構造の高分子分散剤である。ポリオキシアルキレン鎖部分は、通常はポリオキシエチレン、ポリオキシプロピレン又はポリオキシエチレン-プロピレンであるが、好ましくはエチレンオキッドとプロピレンオキッドとの共重合体であるポリオキシエチレン-プロピレンである。特にエチレンオキッドとプロピレンオキッドとの重量比が20:80~80:20の共重合体が好ましい。ポリオキシアルキレン鎖の末端は遊離の水酸基であってもよく、またエーテル結合、エステル結合などにより封鎖されていてもよい。ポリオキシアルキレン鎖部分の分子量は通常400以上である。400未満では研磨用組成物における砥粒の分散が不十分となり、保存安定性が低下することがある。逆に分子量が大きすぎると、研磨用組成物の粘度が上昇し過ぎることがある。従ってポリオキシアルキレン鎖部分の分子量は500~5000、特に500~3000であるのが好ましい。

diol and 3,5-di methyl - 1 - hexyne - 3-ol etc. In addition, derivative of these acetylene alcohol, also those which add ethylene oxide ether alkylene oxide to for example above-mentioned acetylene alcohol are used. high polarity group where as for these acetylene alcohol and its derivative, electron density of triple bond periphery has become very high depending upon structural feature, does not look at example in other things is formed. Because of this, acetylene alcohol and its derivative has orientation where is strong to polar solvent and shows defoaming strength. Especially, this group, coupled with fact that it is center of the molecule, while leaving defoaming strength, it forces acetylene glycol and its derivative, very and gets wet and it is known that it has effect. Especially desirable glycol is 2,4,7,9 - tetramethyl - 5 - decyne - 4,7-diol in order to use with this invention. In addition, with monohydric alcohol 3,5-di methyl - 1 - hexyne - 3-ol is desirable. acetylene alcohol and its derivative 0.01 to 0.3 wt% contains usually in polishing composition. Especially 0.1 to 0.2 wt% it is desirable to contain.

[0008] In addition, as for acetylene alcohol and its derivative, because of nonionic, compatibility of the dispersant etc is good, can expect synergistic effect due to combination especially. polyoxyethylene sorbitan monolaurate, tall oil ethoxylate, isopropyl naphthalene sulfonic acid soda, dioctyl sodium sulfonate, polyoxyethylene octyl phenyl ether, polyoxyalkylene copolymer, the polyoxyethylene nonyl phenyl ether, straight chain sodium alkyl sulfate, polyoxyethylene phenyl ether and polyoxypropylene / polyoxyethylene / ethylenediamine adduct etc are listed as for example combination dispersant.

[0009] Especially being desirable as dispersant, average molecular weight above  $5 \times 10^3$ , has had with and polyoxyalkylene chain portion (A) and hydrocarbon chain portion (B), it is a polymer dispersant of the structure which carboxyl group connects in this hydrocarbon chain portion. polyoxyalkylene chain portion, usually is polyoxyethylene, polyoxypropylene or polyoxyethylene - propylene, but it is a polyoxyethylene - propylene which is a copolymer of preferably ethylene oxide and propylene oxide. weight ratio of especially ethylene oxide and propylene oxide copolymer of 20:80 to 80:20 is desirable. end of polyoxyalkylene chain may be free hydroxy group, in addition by ether bond and the ester bond etc capped chain to be done is possible. molecular weight of polyoxyalkylene chain portion is 400 or greater usually. Under 400 dispersion of grit in polishing composition becomes insufficient, there are times when storage stability decreases. When molecular weight is too large conversely, there are times when viscosity of polishing composition rises too much. Therefore as for molecular weight of polyoxyalkylene chain portion it is desirable to be a 500 to 5000 and a especially 500 to 3000.

【0010】炭化水素鎖部分に結合しているカルボキシル基は、炭化水素鎖に直接結合していてもよく、またアルキレン基やフェニレン基等を介して結合していてもよい。他に解離し得る極性官能基が無い場合には、カルボキシル基は、炭化水素鎖部分の分子量  $1 \times 10^4$  当り 4 個以上存在させるのが好ましい。この炭化水素鎖部分は、例えばスチレンと（メタ）アクリル酸との共重合体であるのが好ましい。

【0011】炭化水素鎖部分（B）とポリオキシアルキレン鎖部分（A）との重量比は、 $1 : 0.01 \sim 0.2$  である。炭化水素鎖部分がこれよりも大きいと、高分子分散剤が凝集剤の如く作用して、砥粒が凝集してしまうことがある。逆に炭化水素鎖部分の占める比率がこれよりも小さいと、分散効果が低下し、やはり砥粒の凝集を生ずることがある。

【0012】炭化水素鎖部分とポリオキシアルキレン鎖部分との結合は任意であるが、両者が交互に存在しているのが好ましい。また末端はポリオキシアルキレン鎖であるのが好ましい。このような構造をとることにより、高分子分散剤が適度に砥粒を取りかこみ、砥粒を凝集させずに良好な分散状態を維持し得るものと考えられる。

【0013】高分子分散剤の分子量は  $5 \times 10^3$  以上であることが好ましい。これよりも小さいと砥粒を適度に取りかこむことが出来なくなり、砥粒が良好に分散しなくなることがある。逆に分子量が大きくなり過ぎると、粘度が高くなりすぎて砥粒の分散が必ずしも十分とはならないことがある。従って高分子分散剤の分子量は  $5 \times 10^3 \sim 5 \times 10^4$  の範囲が好ましい。高分子分散剤は研磨用組成物の  $0.5 \sim 10$  重量%を占めるのが好ましい。なお、高分子分散剤には、カルボキシル基以外に、スルホン酸基やリン酸基等の極性基が存在していてもよく、これらの極性基も含めて分子量  $1 \times 10^4$  当り 4 個以上の解離し得る極性基を有していることが好ましい。またカルボキシル基を有する炭化水素鎖部分と、ポリオキシアルキレン鎖部分とが、結合して 1 個の分子を形成せずに、別個の分子として存在していてもよい。この場合には、それぞれの分子量が  $5 \times 10^3$  以上であることを要する以外は、上述したことがそのままそれぞれの分子について適用される。

【0014】本発明に係る研磨用組成物を構成する砥粒とし

[0010] Carboxyl group which has been connected to hydrocarbon chain portion to hydrocarbon chain has been allowed to have done, direct bond in addition through alkylene group and the phenylene group etc, to have connected is possible. When there is not a polar functional group which dissociated it can do in other things, as for carboxyl group, per molecular weight  $1 \times 10^4$  of hydrocarbon chain portion 4 or more it is desirable to exist. As for this hydrocarbon chain portion, it is desirable to be a copolymer of for example styrene and the (meth) acrylic acid.

[0011] Weight ratio of hydrocarbon chain portion (B) and polyoxyalkylene chain portion (A) is  $1:0.01$  to  $0.2$ . When hydrocarbon chain portion it is large in comparison with this, as though the polymer dispersant is flocculant, operating, there are times when grit coheres. When ratio which hydrocarbon chain portion occupies conversely it is small in comparison with this, dispersive effect decreases, are times when after all cohesion of grit is caused.

[0012] Connection with hydrocarbon chain portion and polyoxyalkylene chain portion is option, but it is undesirable for both to exist alternately. In addition as for end it is desirable to be a polyoxyalkylene chain. Included, without cohering, you can think of grit thing which can maintain satisfactory dispersed state whether polymer dispersant to take the grit moderately by taking this kind of structure.

[0013] As for molecular weight of polymer dispersant it is desirable to be above  $5 \times 10^3$ . When it is small in comparison with this grit is taken moderately and thing becomes impossible densely, there are times when the grit stops dispersing satisfactorily. When becomes conversely molecular weight large over, viscosity becoming too high, there are times when dispersion of grit always does not become with fully. Therefore molecular weight of polymer dispersant range of  $5 \times 10^3$  to  $5 \times 10^4$  is desirable. As for polymer dispersant it is desirable to occupy  $0.5$  to  $10$  weight% of polishing composition. Furthermore, other than carboxyl group, sulfonic acid group and phosphoric acid group or other polar group to polymer dispersant, may exist, including also these polar group, per molecular weight  $1 \times 10^4$  the dissociated of 4 or more it is desirable to have possessed polar group which it can do. In addition connecting with hydrocarbon chain portion and polyoxyalkylene chain portion which possess the carboxyl group, without forming molecule of 1, it is possible to exist as separate molecule. In this case, other than requiring fact that respective molecular weight is above  $5 \times 10^3$ , description above doing it is applied that way concerning respective molecule.

[0014] It is possible as grit which forms polishing composition

ては、従来からこの分野で用いられているものを用いることが出来る。砥粒の硬度はモース硬度で4~10であることが好ましく、また、砥粒の比表面積は $0.1 \sim 50 \text{ m}^2/\text{g}$ が好ましい。砥粒の粒径は $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、特に $0.1 \sim 2 \mu\text{m}$ （平均粒径）が好ましい。通常用いられる砥粒は、アルミナ、シリカ（ $\text{SiO}_2$ ）、クロミア（ $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ）、 $\text{SiC}$ 、 $\text{CeO}$ などであるが、特にアルミナを用いるのが好ましい。一般に砥粒には、大きな粒子を破碎し更に所望の粒度に分級して得られる破碎タイプのもので、コロイド溶液から生成させる球状タイプのものであり、それぞれ特徴を有している。例えば同一の粒径で比較した場合には、破碎タイプのもので球状タイプのものに比して比表面積が大きく、且つ研磨速度も大きい。砥粒は、研磨用組成物の用途に応じて選択するのが好ましく、例えばNi-Pメッキ面のポリッシングにアルミナ又はシリカ砥粒を用いる場合には、平均粒径が $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.1 \sim 2 \mu\text{m}$ で、破碎タイプのもので比表面積が $15 \sim 50 \text{ m}^2/\text{g}$ 、球状タイプのものでは $1 \sim 10 \text{ m}^2/\text{g}$ のものが好ましい。また、ポリッシングに引き続きテキスチャリングに用いる場合には、平均粒径が $1.0 \sim 10 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.1 \sim 2 \mu\text{m}$ で、破碎タイプのもので比表面積が $3 \sim 30 \text{ m}^2/\text{g}$ 、球状タイプのものでは $0.1 \sim 2 \text{ m}^2/\text{g}$ のものが好ましい。砥粒は、研磨能率及び得られる研磨面の性状よりして、研磨用組成物の0.1重量%以上を占めるのが好ましい。しかし30重量%を超える多量の砥粒を存在させても、それによる利点は特に認められず、逆に砥粒を消費して不経済となる。研磨用組成物全体に占める砥粒の好適な比率は1~20重量%である。

【0015】水溶性樹脂としては、水溶性であれば任意のものが使用でき、たとえば、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸およびポリメタクリル酸などが用いられる。また、共重成分としてアクリル酸やメタクリル酸などを含む共重合体、さらには極性官能基を導入して水溶性とした樹脂、例えば水溶性ポリウレタン樹脂や水溶性エポキシ樹脂なども用いられる。このような極性官能基としては、 $-\text{PO}(\text{OM})_2$ 、 $-\text{OPO}(\text{OM})_2$ 、 $-\text{SO}_3\text{M}$ 、 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 、 $-\text{COOM}$ （Mはカチオンであり、好ましくは $\text{H}^+$ 、 $\text{L}^+$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ および $\text{NH}_4^+$ からなる群から選択される）などが挙げられる。分子量としては、数平均分子量1000~150000のものが使用可能であるが、特に10000~80000が好ましい。水溶性樹脂は研磨用組成物中に1~10重量%、特に2~7重量%となるように存在させるのが好ましい。

which relates to the invention, to use those which from until recently are used with this field. As for hardness of grit it is desirable to be a 4 to 10 with the Mohs hardness, in addition, specific surface area of grit 0.1 to 50  $\text{m}^2/\text{g}$  is desirable. particle diameter of grit 0.1 to 10  $\mu\text{m}$  and especially 0.1 to 2  $\mu\text{m}$  (average particle diameter) is desirable. grit which usually, is used, is alumina, silica ( $\text{SiO}_2$ ), the chromia ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ),  $\text{SiC}$  and  $\text{CeO}$  etc, but it is desirable to use the especially alumina. There are with those of fragmenting type where fragmenting it does big particle, generally to grit and furthermore classification does in the desired granularity and is acquired, and those of spherical shape type which is formed from the colloid solution have possessed feature respectively. When it compares with for example same particle diameter, as for those of fragmenting type comparing to those of spherical shape type, specific surface area is large, also and polishing speed are large. As for grit, it is desirable to select according to application of the polishing composition when alumina or silica grit is used for polishing of the for example Ni-P plating aspect, average particle diameter with 0.1 to 10  $\mu\text{m}$  and preferably 0.1 to 2  $\mu\text{m}$ , with those of the fragmenting type specific surface area with things such as 15 to 50  $\text{m}^2/\text{g}$  and spherical shape type those of 1 to 10  $\text{m}^2/\text{g}$  is desirable. In addition, when it uses for texture ring which continues to polishing, the average particle diameter with 1.0 to 10  $\mu\text{m}$  and preferably 0.1 to 2  $\mu\text{m}$ , with those of fragmenting type the specific surface area with things such as 3 to 30  $\text{m}^2/\text{g}$  and spherical shape type those of 0.1 to 2  $\text{m}^2/\text{g}$  is desirable. As for grit, polishing efficiency and doing from properties of polished surface which is acquired, it is desirable to occupy 0.1 weight% or greater of polishing composition. But grit of large amount which exceeds 30 weight% existing, benefit due to that especially is not recognized, consumes grit conversely and becomes uneconomic. preferred ratio of grit which is occupied in polishing composition entirety is 1 to 20 weight%.

[0015] As water soluble resin, if it is a water solubility, be able to use those of option, it can use for example poly vinyl alcohol, polyacrylic acid and poly methacrylic acid etc. In addition, copolymer which includes acrylic acid or methacrylic acid etc as copolymer component, furthermore introducing polar functional group, also resin, for example dissolving in water polyurethane resin and the dissolving in water epoxy resin etc which it makes water solubility are used. As this kind of polar functional group, you can list  $-\text{PO}(\text{OM})_2$ ,  $-\text{OPO}(\text{OM})_2$ ,  $-\text{SO}_3\text{M}$ , the  $-\text{OSO}_3\text{M}$  and  $-\text{COOM}$  (M is cation, it is selected from group which consists of preferably  $\text{H}^+$ ,  $\text{L}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  and  $\text{NH}_4^+$ ) etc. As molecular weight, those of number-average molecular weight 1000 to 150000 are usable, but especially 10000 to 80000 is desirable. As for water soluble resin in order to become 1 to 10 wt% and especially 2 to 7 wt% in polishing composition, it is desirable to exist.



【0016】本発明に係る研磨用組成物は、基本的には上述した砥粒、アセチレンアルコール又はその誘導体、水溶性樹脂及び好ましくは高分子分散剤に水を加えて調製されるが、さらに所望により、他の常用の助剤や防カビ剤などを添加してもよい。例えば、常用の消泡剤を併用することができる。本発明に係る研磨用組成物を用いるハードディスク基板の研磨は、常法により行なうことができる。代表的な方法では研磨布（研磨パッド）に本発明に係る研磨用組成物を供給しつつ、この研磨布を50～300rpmで回転しているハードディスク基板に接触させることにより、研磨が行なわれる。本発明に係る研磨用組成物を用いることにより、能率よく研磨を行なうことができ、かつスクラッチ傷や突起の非常に少ない研磨面を容易に得ることができる。

## 【0017】

【実施例】以下に実施例及び比較例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。なお研磨は、実施例及び比較例で調製した研磨用組成物を用いて、次の条件で行なった。

研磨機 : 両面ポリシングマシン（9Bタイプ）  
研磨パッド : スウェードタイプポリシングパッド

ハードディスク基板 : 3.5インチハードディスク用アルミニウム合金板に

Ni-Pメッキを施したもの

研磨時間 : 5分間  
回転数 : 60rpm（下台盤回転数）

加工圧力 : 100g/cm<sup>2</sup>  
スラリー供給量 : 100ml/分

【0018】また、研磨用組成物及び研磨後のハードディスク基板の評価は、次のようにして行なった。

平均粒径 研磨用組成物中の砥粒の平均粒径を、堀場製作所製LA500（レーザー回折型粒度分布計）で測定し

[0016] Polishing composition which relates to this invention, is manufactured to grit, the acetylene alcohol or its derivative, water soluble resin and preferably polymer dispersant which description above are done to basic including water, but it is possible to add the other usual auxiliary agent and fungicide etc furthermore with desire. for example usual foam inhibitor can be jointly used. Can grind hard disk substrate which uses polishing composition which relates to this invention, to do with conventional method. While with representative method supplying polishing composition which relates to this invention in the polishing cloth (polishing pad), grinding is done this polishing cloth by contacting hard disk substrate which is turning with 50 to 300 rpm. efficiency it is possible by using polishing composition which relates to the this invention, well to grind, polished surface where at same time scratch and the protuberance are very little can be acquired easily.

## [0017]

[Working Example(s)] This invention furthermore is explained concretely below with Working Example and Comparative Example, but this invention is not something which is limited in Working Example below. Furthermore it ground, making use of polishing composition which is manufactured with Working Example and Comparative Example, with following condition.

Polisher : Both surfaces polishing machine (9B type)  
Polishing pad : Suede type polishing pad

Hard disc substrate : To aluminum alloy plate for 3.5 inch hard disk

Ni-P plating was administered thing

Polishing time : 5 min  
Rotational frequency : 60 rpm (bottom table rotational frequency)  
Machining pressure : 100 g/cm<sup>2</sup>  
Amount of slurry feed : 100 ml per minute

[0018] In addition, you appraised hard disc substrate after polishing composition and grinding, the following way.

Average particle diameter of grit in average particle diameter polishing composition, with Horiba Ltd. (DB 69-053-7410) make LA500 (laser diffraction type particle size analyzer) measurement

接触角 研磨後のハードディスク基板を、40℃で超音波洗浄機を用いて15分間洗浄したものについて、水に対する接触角を測定

発泡性 研磨用組成物を、ホモジナイザー（POLY TRON製）を用いて6000rpmで10分間混合した後で、発泡性を目視観察した。

スクラッチ数 研磨後のハードディスク基板50枚（研磨面としては100面）について、顕微鏡でスクラッチ傷を観察した。

#### 【0019】実施例1～4及び比較例1～5

$\alpha$ -アルミナ粉末（平均粒径1.0 $\mu$ m、比表面積2.0m<sup>2</sup>/g、純度99

.9%、住友化学工業社製 AKP10）  
10重量部

ポリビニルアルコール（日本合成化学工業社製 GM-14）  
5重量部

消泡剤  
0.16重量部

高分子分散剤（平均分子量約 $1 \times 10^4$ 、カルボキシル基を有する炭化水素鎖）

部分とポリオキシアルキレン鎖部分との重量比9:1、ポリオキシアルキレン鎖

はエチレンオキシドとプロピレンオキシドとの77:23（重量比）の共重合体

、極性基の含有量は分子当たり約10個）  
0又は1重量部

水  
100重量部

【0020】上記の各成分を混合し、サンドミルで1時間分散させて、表-1の研磨用組成物を調製した。この研磨用組成物を用いてハードディスク基板の研磨（テクスチャリング）を行なった。結果を表-2に示す。

#### 【0021】

Hard disk substrate after contact angle grinding, with 40 °C contact angle for water the 15 min concerning those which were washed making use of ultrasonic cleaner, measurement

10 min after mixing with 6000 rpm, foamability visual observation was done the foamability polishing composition, making use of homogenizer (POLY TRON make).

Hard disk substrate 50 after number of scratches grinding concerning (As polished surface 100 surface), scratch was observed with microscope.

#### [0019] Working Example 1 to 4 and Comparative Example 1 to 5

-alumina powder (average particle diameter 1.0  $\mu$ m, specific surface area 2.0 m<sup>2</sup>/g and purity 99

.9% and Sumitomo Chemical Co. Ltd. (DB 69-053-5307) supplied AKP10) 10 parts by weight

Poly vinyl alcohol (Nippon Synthetic Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-5964) supplied GM-14) 5 parts by weight

Foam inhibitor 0.16 parts by weight

Polymer dispersant (the average molecular weight approximately  $1 \times 10^4$ , it possesses carboxyl group the hydrocarbon chain

Weight ratio 9:1 of portion and polyoxyalkylene chain portion, polyoxyalkylene chain

Copolymer of 77:23 (weight ratio) of ethylene oxide and propylene oxide

As for content of polar group per molecule approximately 10) 0 or 1 parts by weight

Water 100 parts by weight

[0020] It mixed above-mentioned each component, 1 hour dispersed with the sand mill, manufactured polishing composition of Table 1. Grinding (Texturing) of hard disk substrate was done making use of this polishing composition. result is shown in Table 2.

#### [0021]

【表 1】 |

[Table 1]

表-1

	消泡剤の種類	高分子分散剤の配合量 (重量部)
実施例 1	A	0
実施例 2	A	1
実施例 3	B	1
実施例 4	C	1
比較例 1	D	0
比較例 2	D	1
比較例 3	2-オクタノール	1
比較例 4	ポリプロピレングリコール 200	1
比較例 5	ソルビタンモノラウレート	1

注) A : 2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール

Note: A: 2,4,7,9 - tetramethyl - 5 - decyne - 4,7-diol

B : 2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール

B: 2,4,7,9 - tetramethyl - 5 - decyne - 4,7-diol

0.15 重量部と、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート

0.15 parts by weight and polyoxyethylene sorbitan mono laurate

0.01 重量部との混合物

Mixture of 0.01 part by weight

C : 3, 6-ジメチル-4-オクチン-3, 6-ジオール

C: 3,6-di methyl - 4 - octyne - 3,6-diol

D : HS5550 (東レシリコン社製、シリコン樹脂含有消泡剤)

D: HS5550 (Dow Corning Toray Silicone supplied and silicon resin-containing foam inhibitor)

【0022】

[0022]

【表 2】 |

[Table 2]

表- 2

	平均粒径 μm	接触角 度	発泡性	スクラッチ数 個/50枚
実施例 1	1. 1 5	5	発泡せず	1
実施例 2	1. 1 0	5	発泡せず	0
実施例 3	1. 1 0	6	発泡せず	0
実施例 4	1. 0 5	6	発泡せず	1
比較例 1	1. 3 5	3 5	発泡せず	1
比較例 2	1. 1 2	3 5	発泡せず	1
比較例 3	2. 0 1	6	発泡あり	5
比較例 4	2. 0 2	6	発泡あり	6
比較例 5	2. 0 4	6	発泡あり	1 0

【0023】

【発明の効果】本発明に係る研磨用組成物を用いると、従来の研磨用組成物に比べて高い研磨能率が得られ、なおかつスクラッチおよび微少突起の非常に少ない研磨面が得られ、最近のより一層の高密度化に対応できる精度の高い研磨面品質が実現できる。又、スラリーの分散性や流動性が改善され、保存中または研磨に使用する場合の、いわゆるケーキング現象が改善され、使用時のスラリー溶解が簡単である。また研磨パッドの目詰まりも少なくなるので、研磨パッドのドレッシング頻度が大幅に改善できる。

[0023]

[Effects of the Invention] When polishing composition which relates to this invention is used, high polishing efficiency is acquired in comparison with conventional polishing composition, furthermore and the polishing surface where scratch and very little protrusion are very less can be acquired, can actualize polishing surface quality where precision which it can correspond to high densification of recent further is high. dispersivity and fluidity of also, slurry are improved, so-called caking phenomenon when you use while or grinding retaining is improved, slurry melting when using is simple. In addition because also plugging of polishing pad decreases, greatly you can improve dressing frequency of polishing pad.